

CLIPPEDIMAGE= JP360251260A

PAT-NO: JP360251260A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 60251260 A

TITLE: MANUFACTURE OF SUPER PLASTIC ALUMINUM ALLOY

PUBN-DATE: December 11, 1985

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

HINO, MITSUO

ETO, TAKEHIKO

MAEDA, YASUHIRO

FURUKI, KAZUO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

KOBE STEEL LTD

N/A

APPL-NO: JP59107195

APPL-DATE: May 26, 1984

INT-CL (IPC): C22F001/047;B21B003/00 ;C22F001/05 ;C22F001/053 ;C22F001/057

US-CL-CURRENT: 148/564,420/902

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain an Al alloy whose super plasticity is further improved, by applying homogenizing heat treatment in two steps to an Al alloy ingot, then hot and cold rolling said ingot by cross rolling.

CONSTITUTION: The Al alloy ingot of systems of Al-Cu, Al-Mg, Al-Mg-Si, Al-Zn-Mg is homogenizing heat treated at  $400\sim 550^{\circ}\text{C}$ , then subjected to said treatment at  $300\sim 550^{\circ}\text{C}$ . Said ingot is hot rolled at  $300\sim 550^{\circ}\text{C}$ , then heating held in 1 $\sim$ 2 steps at said temp., and precipitation treated. Next, cooled by  $\geq 30^{\circ}\text{C/hr}$  rate, cold rolled by  $\geq 30\%$  or  $20\sim 60\%$ , then annealed for low temp. softening and cold rolled at  $\geq 300^{\circ}\text{C}$ . Thereat, during hot rolling, rolled by  $10\sim 40\%$  reduction quantity, then cross rolled against the remaining reduction quantity. During cold rolling, cross rolling by  $10\sim 40\%$  reduction quantity is added. By this method, the movement of dislocated precipitates is obstructed, the fine particle structure is maintained and the Al alloy whose super plastic elongation is improved is obtained.

COPYRIGHT: (C)1985,JPO&Japio

DERWENT-ACC-NO: 1986-031524  
DERWENT-WEEK: 198605  
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Super-plastic aluminium alloy mfr. - comprises homogenising treatments of aluminium ingots hot rolling and cooling

PATENT-ASSIGNEE: KOBE STEEL LTD[KOBM]

PRIORITY-DATA: 1984JP-0107195 (May 26, 1984)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 60251260 A	December 11, 1985	N/A	007	N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP60251260A	N/A	1984JP-0107195	May 26, 1984

INT-CL (IPC): B21B003/00; C22F001/04

ABSTRACTED-PUB-NO: JP60251260A

BASIC-ABSTRACT: Mfr. comprises homogenising treatment of Al-Cu, Al-Mg, Al-Mg-Si, and Al-Zn-Mg system Al ingots at 400-550 deg.C, followed by 300-550 deg.C homogenising treatment; hot rolling at 300-550 deg.C, holding the heating temp. two or one steps in the range 350-550 deg.C, cooling with a rate of above 30 deg.C/hr., then cold rolling with over 30% or 20-60% draft, followed by low temp. annealing and cold rolling at least one time under 300 deg.C, where cross rolling is conducted on normal direction of the sheet material when hot rolling and/or cold rolling are made, e.g. in hot rolling, cross rolling is conducted in that manner, firstly rolled with 10-40% of required draft, then remaining draft is applied to the normal direction, i.e. toward that of the first rolling. While cold rolling, during the rolling process, 10-40% of the draft is applied in the normal direction toward rolling direction.

USE/ADVANTAGE - Al alloy has excellent super-plastic elongation The cross rollings are effective to give fine crystal grains in the structure, resulting in super-plasticity of the alloy (80-15% more elongation than that of non-cross rolled Al alloy).

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS:

SUPER PLASTIC ALUMINIUM ALLOY MANUFACTURE COMPRISE HOMOGENISE TREAT ALUMINIUM INGOT HOT ROLL COOLING

DERWENT-CLASS: M26 M29 P51

CPI-CODES: M29-A; M29-B; M29-C;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1986-013152

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1986-022764

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭60-251260

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>

C 22 F 1/047  
B 21 B 3/00  
C 22 F 1/05  
1/053  
1/057

識別記号

庁内整理番号

8019-4K  
7516-4E  
8019-4K  
8019-4K  
8019-4K

⑬ 公開 昭和60年(1985)12月11日

審査請求 有 発明の数 1 (全7頁)

⑭ 発明の名称 超塑性アルミニウム合金の製造方法

⑮ 特 願 昭59-107195

⑯ 出 願 昭59(1984)5月26日

⑰ 発 明 者 日 野 光 雄 真岡市熊倉町3621の15  
⑱ 発 明 者 江 藤 武 比 古 真岡市大谷台町8番地  
⑲ 発 明 者 前 田 康 弘 真岡市大谷台町8番地  
⑳ 発 明 者 古 木 一 夫 真岡市大谷台町16-1  
㉑ 出 願 人 株式会社神戸製鋼所 神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号  
㉒ 代 理 人 弁理士 丸 木 良 久

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

超塑性アルミニウム合金の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

Al-Cu系、Al-Mg系、Al-Mg-Si系、  
Al-Zn-Mg系のアルミニウム合金錠塊を、  
400～550℃の温度で均質化熱処理を行ない、  
次いで、300～550℃の温度で均質化熱処理  
を行ない、次いで、300～550℃の温度で熱  
間圧延した後、350～550℃の温度において  
1段階或いは2段階の加熱保持を行ない、30℃  
/Hr以上の冷却速度で冷却してから少なくとも  
30%以上の冷間圧延を行なうか或いは20～  
60%の冷間圧延を行なった後に、300℃以下  
の低温軟化焼鈍と冷間圧延とを1回以上行なう場  
合において、前記熱間圧延時および/または冷間  
圧延時に、板材に対し互いに直角方向のクロス圧  
延を行ない、このクロス圧延を熱間圧延時には所  
定圧下量の10～40%の圧下量で圧延を施した  
後に、この圧延方向に対し直角方向に残りの圧下

量で圧延し、冷間圧延時には冷間圧延工程中に所  
定圧下量の10～40%の圧下量で前記圧延方向  
に対し直角方向に圧延する工程を付加することを  
特徴とする超塑性アルミニウム合金の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は超塑性アルミニウム合金の製造方法に  
関し、さらに詳しくは、超塑性伸びの優れた超塑  
性アルミニウム合金の製造方法に関する。

〔従来技術〕

超塑性とは、ある外的条件の下で材料がくびれ  
(necking)なしに、数百～数千%の巨大な伸びを  
生じる現象であり、恒温変態を利用した変態超塑  
性と微細粒超塑性に大別される。微細粒超塑性を  
起させるためには、その材料の結晶粒径を微細に  
制御することが必須である。これは、合金組成の  
最適化と加工と熱処理等の製造条件により達成す  
ることができる。

例えば、Al-Zn-Mg系合金では、Zn 3～8  
wt%、Mg 0.5～3wt%を必須成分とし、Cu 3wt

%以下、Mn 0.05~2.0wt%、Cr 0.05~0.5wt%、Zr 0.05~0.5wt%、V 0.05~0.5wt%、Ti 0.15wt%以下の中から選んだ1種または2種以上を含有し、残部Alおよび不純物からなるAl-Zn-Mg系合金鋳塊を、400~550℃の温度において均質化熱処理を行ない、次いで、300~500℃の温度で熱間加工を行なった後、第1回の加熱保持を450~550℃の温度で0.5~10Hr行ない、次に、第2回の加熱温度まで冷却し、350~450℃の温度で0.5~50Hrの第2回の加熱保持を行ない、30℃/Hr以上の冷却速度で冷却してから、少なくとも30%以上の冷間加工を行なうか、或いは、20~60%の冷間加工を行ない、続いて300℃以下の低温軟化焼鈍と冷間加工を1回以上行ない、さらに、100℃/Hr以上の速度で350~550℃の温度で加熱軟化焼鈍を行なうことにより、伸びが500%以上である材料を製造することができる。

この伸びは大別すると、(1)変形中の結晶粒の粗大化による超塑性現象の停止および(2)晶出化

-3-

アルミニウム合金における超塑性をさらに向上させることが可能な超塑性アルミニウム合金の製造方法を提供するものである。

【問題点を解決するための手段】

本発明に係る超塑性アルミニウム合金の特徴とするところは、即ち、

Al-Cu系、Al-Mg系、Al-Mg-Si系、Al-Zn-Mg系のアルミニウム合金鋳塊を、400~550℃の温度で均質化熱処理を行ない、次いで、300~550℃の温度で均質化熱処理を行ない、次いで、300~550℃の温度で熱間圧延した後、350~550℃の温度において1段階或いは2段階の加熱保持を行ない、30℃/Hr以上の冷却速度で冷却してから少なくとも30%以上の冷間圧延を行なうか或いは20~60%の冷間圧延を行なった後に、300℃以下の低温軟化焼鈍と冷間圧延とを1回以上行なう場合において、前記熱間圧延および/または冷間圧延時に、板材に対し互いに直角方向のクロス圧延を行ない、このクロス圧延を熱間圧延時には所

合物の周りの応力集中によるポイド(キャビティ)の発生による材料の破断により制約を受ける。前者については、遷移元素の金属間化合物 $MnAl_6$ 、 $Cr_2Mg_3Al_{10}$ 、 $ZrAl_3$ 等を微細に分散させることにより、結晶粒の粗大化を抑制することにより改善でき、また、後者については、先ず、FeおよびSi等の含有量を規制することにより晶出物の量を低減することと、さらに、晶出物サイズと応力集中係数Kとの間には、

$$K = f(a)\sqrt{\pi a} \quad \dots\dots (1)$$

a : 晶出物の外径

f(a) : 晶出物のサイズに依存する形状因子の関係があり、式(1)より晶出物のサイズを小さく、かつ、均一に分散させることにより、晶出物周りの応力集中を低減することが可能となり、超塑性伸びを向上させることができ、ひいては、構造物材として使用していく上での材料特性の向上が期待できる。

【発明が解決しようとする問題点】

本発明は上記に説明したように、従来の超塑性

-4-

定圧下量の10~40%の圧下量で圧延を施した後、この圧延方向に対し直角方向に残りの圧下量で圧延し、冷間圧延時には冷間圧延工程中に所定圧下量の10~40%の圧下量で前記圧延方向に対し直角方向に圧延する工程を付加することにある。

本発明に係る超塑性アルミニウム合金の製造方法について以下詳細に説明する。

先ず、本発明に係る超塑性アルミニウム合金の製造方法における熱処理および加工について説明する。

Al-Cu系、Al-Mg系、Al-Mg-Si系、Al-Zn-Mg系の所定の含有成分および成分割合のアルミニウム合金を通常の方法により鋳造して得られた鋳塊は、内部に不均質に分布している主要元素の均質化および熱間加工性を向上させるため、400~550℃の温度において十分な時間均質化熱処理を行ない、続いて、300~550℃の温度で熱間圧延を行なって所定の板厚まで加工し、粗い鋳造組織は熱間ファイバー組織

となると同時に組織内にZn、Mg、Cu等の析出物およびCr、Zr、V、Ti等の遷移元素の一部が部分析出する。この熱間圧延時に、先ず、所定圧下量の10～40%の圧延を実施し、次いで、スラブを回転して残りの圧下量をクロス圧延で行なえば、FeおよびSiを主体とする不溶性の晶出物およびMn、Cr、Zr、V等を主体とした不溶性の晶出物は、縦横のクロス圧延を受けることにより、クロス圧延を実施しない場合よりも格段に微細に破壊され、その分布が均一となる。このことから、超塑性伸びを大きく阻害していた晶出物周りの応力集中は大幅に緩和されて材料が大きい伸びを示すのである。このクロス圧延中、前段の圧延は10%未満では晶出物の微細化、均一分散化に効果が少なく、また、40%を超える圧延では次の圧延方向における圧延による晶出物の分散効果が少なくなる。よって、クロス圧延の前段圧下量は10～40%とする。

さらに、この熱間圧延後、好ましくは、30%以上の冷間加工を行なうことにより、さらに微細

-7-

2回の加熱保持において、第1回の加熱保持により析出している溶質元素はその大部分が固溶され、続く第2回の加熱保持により遷移元素のMn、Cr、Zr等とAlとの金属間化合物、 $MnAl_6$ 、 $Cr_2Mg_3Al_{11}$ 、 $ZrAl_3$ 等が析出する。

また、この2回の加熱保持は加熱保持を1回で行なった場合に比較して、遷移元素の析出形態が微細なことおよび若干のZn、Mg、Cu等とAlとの高温時効析出物が形成されるために、加熱保持後の冷却速度も30℃/Hrと遅くなくてもよく、製造がより容易となり、かつ、冷間加工中に生成される転位の密度がより高くなり、さらに微細な結晶粒が生成され超塑性伸びの大きいものが得られる。

この2段加熱保持後の冷却速度は30℃/Hr未満になると超塑性伸びが得られにくくなる。

これらの加熱保持により熱間ファイバー組織を形成していた転位の下部組織は回復、再結晶により歪エネルギーが抵減され、続く冷間加工で転位が導入され易くなり、かつ、Mn、Cr、Zrの析

粒の材料が得られ超塑性伸びも大きくなる。次に、この熱間圧延後に350～550℃の温度で0.5～2.0 Hrの加熱保持をしてから、100℃/Hr以上の冷却速度で冷却して固溶元素の強制固溶を図る。

また、この熱処理を急速冷却、急速加熱が可能な連続焼鈍炉により、400～550℃の温度で10sec～10min間行なってもよく、この加熱保持によりZn、Mg、Cu等は固溶され、一方、遷移元素のMn、Cr、Zr等はAlと金属間化合物の $MnAl_6$ 、 $Cr_2Mg_3Al_{11}$ 、 $ZrAl_3$ 等を析出する。この1段加熱保持後の冷却速度が100℃/Hr未満では超塑性が得られず伸びが出にくくなる。また、加熱保持を2段で行なう場合、先ず、450～550℃の温度で0.5～1.0 Hrの第1回の加熱保持を行ない、続いて第2回の加熱保持温度まで冷却し、350～450℃の温度で0.5～5.0 Hrの第2回の加熱保持を行ない、30℃/Hr以上の冷却速度で冷却する。この加熱保持の温度が高い程時間は短時間でよい。

-8-

出粒子により、次の冷間加工後の超塑性温度域での加熱によって材料中に生成される微細粒組織が保持されて超塑性が得られる。

冷却後、少なくとも30%以上の冷間圧延を行なうのであるが、30%未満の加工率では充分微細な結晶粒が得られない。

また、20～60%の冷間圧延とこれに続く300℃以下の低温軟化焼鈍とを1回以上行なうこともでき、この低温焼鈍を導入することにより結晶粒はさらに微細化される。この場合の冷間圧延中に、所定冷間圧延量の10～40%の冷間クロス圧延を実施するのは晶出物の破壊効果による超塑性伸び向上のためであり、この冷間クロス圧延量を10～40%とするのは、熱間クロス圧延の場合と同じ理由である。

このように、冷間加工された材料には、高い歪エネルギーを有する転位の下部組織が高密度に形成されている。

この材料を引き続き通常0.5 Tm(Tmは材料の融点(絶対温度))以上の超塑性温度域(アルミニウ

ム合金では400℃以上)に加熱すると、高密度の転位組織を起点として新しい結晶粒が形成され、従って、転位組織は高密度である程微細粒組織が得られ超塑性となり伸びが大きくなる。しかして、一度再結晶が完了すると結晶粒界のエネルギーが減少するため転位が移動して結晶粒が粗大化し、そして、この粗大化した組織が超塑性変形を阻害することになる。

従って、本発明に係る超塑性アルミニウム合金の製造方法における熱処理においては、熱間圧延後の加熱保持により形成された金属間化合物、 $MnAl_6$ 、 $Cr_2Mg_3Al_{10}$ 、 $ZrAl_3$ 等の析出物の寸法と分布とを制御することにより転位の移動を阻止して微細粒組織を保持しているのである。即ち、析出物寸法が小さ過ぎたり、析出粒子間隔が大き過ぎると転位移動阻止効果が得られない。

また、本発明に係る超塑性アルミニウム合金の製造方法により製造された材料は、冷間加工したままの状態では超塑性の加工を行なってもよく、冷間加工後、100℃/Hr以上の加熱速度で加

熱し、350～550℃の温度で軟化して超塑性加工を行なってもよい。

次に、本発明に係る超塑性アルミニウム合金の製造方法において対象となるアルミニウム合金について説明する。

Al-Cu系アルミニウム合金は、Cu 2～7wt%を必須成分として含有し、Mg 2.5wt%以下、Si 2wt%以下、Mn 0.05～2.0wt%、Cr 0.05～0.5wt%、Zr 0.05～0.5wt%、V 0.05～0.5wt%、Ti 0.15wt%以下の中から選んだ1種または2種以上を含有し、残部Alおよび不純物からなるアルミニウム合金である。

Al-Mg系アルミニウム合金は、Mg 2～7wt%を必須成分として含有し、Mn 0.05～1.5wt%、Cr 0.05～0.5wt%、V 0.05～0.5wt%、Ti 0.15wt%以下の中から選んだ1種または2種以上を含有し、残部Alおよび不純物からなるアルミニウム合金である。

Al-Mg-Si系アルミニウム合金は、Mg 0.5～2.0wt%、Si 0.3～5.0wt%を必須成分とし

-11-

て含有し、Cu 1wt%以下、Mn 0.5～1.5wt%、Cr 0.05～0.5wt%、Zr 0.05～0.5wt%、V 0.05～0.5wt%、Ti 0.15wt%以下の中から選んだ1種または2種以上を含有し、残部Alおよび不純物からなるアルミニウム合金である。

Al-Zn-Mg系アルミニウム合金は、Zn 3～8wt%、Mg 0.5～3wt%を必須成分として含有し、Cu 3wt%以下、Mn 0.05～2.0wt%、Cr 0.05～0.5wt%、Zr 0.05～0.5wt%、V 0.05～0.5wt%、Ti 0.15wt%以下の中から選んだ1種または2種以上を含有し、残部Alおよび不純物からなるアルミニウム合金である。

なお、不純物として含有されるFeおよびSi含有量は夫々0.15wt%を越えると不溶性の晶出物が生成し、伸びの低下が著しいのでFe、Si含有量は夫々0.15wt%以下に規制する。

#### [実施例]

本発明に係る超塑性アルミニウム合金の製造方法について実施例を説明する。

#### 実施例

-12-

通常のDC鋳造法により第1表に示す代表的なAl-Cu系、Al-Mg系、Al-Mg-Si系、Al-Zn-Mg系のアルミニウム合金の鋳塊(厚さ400mm)を作製し、その後第2表に示す工程中、熱間圧延時、冷間圧延時にクロス圧延を実施して最終板厚1.5mmまたは2.5mmの材料を製造し、第2表に示す条件で変形した。

超塑性変形による伸びは第2表に示すように、本発明に係る超塑性アルミニウム合金の製造方法による材料が、クロス圧延を実施しない材料と比較して、超塑性伸びが80～15%以上向上することがわかる。

第 1 表

No	合金系	化 学 成 分 ( 重量%)										
		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	V	Zr	Ti	Al
1	Al-Cu	0.06	0.10	4.5	0.6	1.5	-	-	-	-	0.01	残部
2	Al-Mg	0.05	0.10	-	0.1	4.5	-	-	0.05	0.20	0.01	"
3	Al-Mg-Si	0.60	0.10	-	-	1.0	0.25	-	-	-	0.01	"
4	Al-Zn-Mg	0.05	0.10	1.5	-	2.3	0.20	5.7	-	-	0.02	"

-15-

第 2 表

No	合金系	銅塊厚さ (mm)	均質化熱処理 (℃×Hr)	熱間圧延			加熱条件 (℃×Hr)	冷却速度 (℃/Hr)	熱間圧延		最終板厚 (mm)	超塑性特性		
				温度 (℃)	トータル圧延量 (mm)	クロス圧延量 (%)			トータル圧延量 (mm)	クロス圧延量 (%)		温度 (℃)	ひずみ速度 (1/sec)	伸び (%)
1	(1) (2) Al-Cu (3)	400	490×12400	400→8.3 (98%)	30	520×3+450×12	100	6.3→2.5 (60%)	なし	2.5	475	1×10 <sup>-3</sup>	450	
		"	"	"	なし	"	"	"	30	"	"	"	440	
		"	"	"	なし	"	"	"	なし	"	"	"	340	
2	(1) (2) Al-Mg (3)	400	510×12450	400→4.0 (99%)	30	540×3+420×10	100	4.0→1.5 (63%)	なし	1.5	550	2×10 <sup>-4</sup>	590	
		"	"	"	なし	"	"	"	30	"	"	"	565	
		"	"	"	なし	"	"	"	なし	"	"	"	445	
3	(1) (2) Al-Mg-Si (3)	400	465×12400	400→8.3 (98%)	30	510×3+400×10	100	8.3→2.5 (60%)	なし	2.5	510	2×10 <sup>-4</sup>	440	
		"	"	"	なし	"	"	"	30	"	"	"	415	
		"	"	"	なし	"	"	"	なし	"	"	"	330	
4	(1) (2) Al-Mg-Zn (3)	400	465×12400	400→8.3 (98%)	30	510×3+400×10	100	8.3→2.5 (60%)	なし	2.5	510	2×10 <sup>-4</sup>	785	
		"	"	"	なし	"	"	"	30	"	"	"	735	
		"	"	"	なし	"	"	"	なし	"	"	"	580	



## [発明の効果]

以上詳細に説明したように、本発明に係る超塑性アルミニウム合金の製造方法は上記の構成を有しているものであるから、超塑性伸びが格段に優れた材料が製造できるという効果を有する。

特許出願人 株式会社 神戸製鋼所  
代理人 弁理士 丸 木 良 久

手続補正書 (自発)

昭和59年06月25日

特許庁長官殿

## 1. 事件の表示

昭和59年特許願第107195号

## 2. 発明の名称

超塑性アルミニウム合金の製造方法

## 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

名称 (119) 株式会社 神戸製鋼所

代表者 牧 冬 彦

## 4. 代理人

住所 東京都江東区南砂2丁目2番15号

藤和東陽町コープ901号

〒136 電話 (646) 6194

氏名 弁理士 (6937) 丸 木 良 久

## 5. 補正命令の日付 (自発)



-17-

## 6. 補正の対象

(1) 明細書の発明の詳細な説明の欄

## 7. 補正の内容

(1) 明細書第12頁10行の「Ti 0.15wt%

以化」を「Ti 0.15wt%以下」と補正する。

(2) 明細書第12頁16行の「0.15wt%以下

の中から」を「0.15wt%以下、Zr 0.05~

0.5wt%の中から」と補正する。